

## 明 細 書

フッ素樹脂チューブ状物、定着ロール、定着ベルトおよび画像定着装置

5

## 技術分野

本発明は、画像定着装置の部材として好適なフッ素樹脂チューブ状物と、該フッ素樹脂チューブ状物を用いた定着ロールおよび定着ベルト、並びにこれらの定着ロールや定着ベルトを有する画像定着装置に関するものである。

10

## 背景の技術

電子写真複写機やレーザービームプリンターなどの画像定着装置では、感光体ドラムを均一に帯電する帯電工程、感光体ドラムに静電潜像を形成する露光工程、トナーによって静電潜像を可視化する現像工程、感光体ドラム上のトナーを転写材に転写する転写工程、転写材とトナーを定着させる定着工程、および転写工程後に感光体ドラム上に残ったトナーを清掃するクリーニング工程を経て画像を形成している。

15

近年、電子写真方式の画像定着装置において、資源の有効利用を図る上で、装置の安定性の向上、高信頼性の確保、ランニングコストの低減が求められている。この対策の一つとして、ワックストナーの使用によって定着ロールや定着ベルトなどの定着部材表面への離型オイルの供給を省略することが検討されている。しかしながら、離型オイルの供給を止めると、ペーパーエッジや温度センサーの当接による定着部材の表層摩耗の進行が速くなる問題がある。また、複写機・レーザープリンター

20

25

の高速化に伴って定着部材への負荷も増大しており、こうした理由からも定着部材寿命の確保が困難となっている。

特に、カラー画像定着において用いられるソフトロール（定着ロール）は、摩耗に対する離型剤（離型オイル）の効果が顕著であり、シリコンゴムやフッ素ゴムにより形成されるソフトロール表層は、離型剤を供給しないと、数百枚のプリント程度で傷や摩耗が発生する場合がある。このため、特公昭 5 8 - 4 3 7 4 0 号公報や電子写真学会誌，平成 6 年，第 3 3 卷，第 1 号，p. 5 7 ~ 6 5 に記載されているように、芯金の回りにシリコンゴム弾性体を形成したロールの最外層に、耐摩耗性を有する離型層としてテトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体（P F A）チューブを被覆した定着部材が提案されている。

ところで、高画質のカラー定着画像を得るには、定着ロール表面が記録用紙表面の凹凸に追従し、未定着トナー画像全体に渡って均一に接触することが重要である。定着ロール表面が均一に接触しないと、未定着トナー画像内でトナー溶融の程度に不均一が生じ、定着画像の光沢ムラが発生し画質が低下する。P F A などのフッ素樹脂は、シリコンゴムやフッ素ゴムに比べて弾性率が大きく歪が生じ難いため、記録用紙表面の凹凸に追従し難い。そこで最外層をフッ素樹脂で構成するときは、なるべく薄層にしてロール表面が記録用紙表面の凹凸に追従し易くすることが重要である。

また、高速でカラー画像の画像定着を行い、且つ消費電力を低く抑えるためには、ロールの熱容量を小さくすることが好ましく、加えて熱伝導性が良好であることが要求される。このような観点からも最外層のフッ素樹脂層はなるべく薄いことが望

ましい。

他方、画像定着装置としては、比較的長い定着ニップ部を確保するために、上記の如き定着ロールに代えて、定着ベルトを用いたベルト式定着装置もある。この定着ベルトは、薄い金属  
5 やポリイミドなどの耐熱性樹脂からなるベルト上に離型層を形成したものが一般的であるが、この場合も、ベルトの熱容量が小さいことが好ましく、また熱伝導性が良好であることが要求される。このため、このような定着ベルトに離型層としてフッ素樹脂層を形成する場合にも、なるべく薄層にすることが重要  
10 になる。

一般に定着ロールや定着ベルトの表層として使用されているフッ素樹脂チューブとしては、上記の通りPFAからなるものが知られている。PFAは熔融成形が可能であることから、PFAからなるチューブも比較的成形性が良好であり、チューブ  
15 肉厚を30 $\mu$ m程度まで薄くすることは可能であるものの、20 $\mu$ m以下にすることは困難である。また、熔融成形で作製されたPFAチューブの引張強度は小さく、特に円周方向における引張強度が小さい。

このため、試験的に肉厚が20 $\mu$ mのPFAチューブを作製  
20 しても、設定した肉厚よりも薄くなっていることもあり、わずかな荷重が掛かっただけで変形や破れが発生する。このような事情から、上記試験的に作製したPFAチューブを、例えば定着ロール表層として加工する際の取り扱い、極めて困難である。また、このようなPFAチューブをソフトロールタイプの  
25 定着ロールの表層として使用した場合、定着ロールと他方の定着部材の間に形成されるニップ部での定着ロール表面の変形によって、PFAチューブ自体が塑性変形する。この塑性変形に

よって定着ロールの表層シワが発生し、定着画像にこのシワ跡が出てしまうという問題がある。さらにこのP F Aチューブを定着ロールの表層として使用した場合、定着ニップ部で紙詰まりが発生し易くなる。定着ニップ部で紙詰まりが生じると、詰  
5 まった用紙に折れが発生し、この折れ部に負荷が集中するために、折れ部と接触している定着ロール表面のP F Aチューブ表層に変形や破れが発生し易いという問題がある。

さらなる高画質化、省エネルギー化のためには、厚みが20  
μ m以下のフッ素樹脂離型層（表層）が望まれているが、その  
10 ような薄肉フッ素樹脂チューブにおいて、定着ロール表層として十分な強度を有するものはなかった。

こうした事情を受けて、本発明者等は、ポリテトラフルオロエチレン（P T F E）を用いたフッ素樹脂チューブの開発を進めてきた。P T F Eは極めて優れた耐熱性や離型性を有するため、上述の定着ロールや定着ベルトの最表層に好適な素材である。  
15

P T F Eは溶融粘度が高く、一般の熱可塑性樹脂のように溶融押出成形ができない。そのため、通常は、P T F E粉末とナフサ、キシレンのような液状潤滑剤を均一に混和して得られる  
20 ペースト状混和物をチューブ状に押出し、次いで液状潤滑剤を抽出あるいは乾燥により除去するといった所謂ペースト押出法により成形されている。ところが、このペースト押出法による場合、チューブを薄肉化しようとするすると押出圧力が大きくなり、変肉（厚みムラ）が生じたり、外観が悪化したりするため、薄  
25 肉化に限界がある。特に外径がφ 10 mm以上のチューブにおいてはチューブ肉厚を20 μ m以下にすることは極めて困難である。

この他、フッ素樹脂チューブの製法として、例えば、特開昭  
50-136367号公報には、金属線状体上にフッ素樹脂塗  
料を塗布して焼付け、皮膜を形成させたのち、この皮膜線状体  
を少なくともフッ素樹脂皮膜が該線状体への密着性を失うまで  
5 引伸ばし、その後金属線状体を引抜くことを特徴とする薄肉の  
フッ素樹脂チューブの製造方法が開示されている。しかしこの  
方法では、肉厚の均一性が得られ難く、また得られるチューブ  
の耐摩耗性や強度は著しく低く、さらに表面の平滑性なども不  
十分であるという問題があった。

10 また、特開平4-296332号公報には、0.02~0.  
4重量%のパーフルオロアルキルビニルエーテルまたはヘキサ  
フルオロプロピレンを含む変性PTFEからなり、内径寸法を  
肉厚寸法で除した値が300以上であることを特徴とする薄肉  
のフッ素樹脂チューブが開示されている。しかしこの方法でも、  
15 肉厚を薄くするほどピンホールの発生や強度の低下が顕著であ  
り、実質的に肉厚20 $\mu$ m以下のチューブを得ることが困難で  
あること、比較的大口径（例えば内径が60mm以上）のチュ  
ープの製造が困難であること、およびPTFEを変性させるこ  
とにより耐熱性が低下すること、といった問題があった。

20 他方、本発明者等も、極薄のPTFEフィルムを巻回積層接  
着してなる薄肉のフッ素樹脂チューブ状物を開発し、既に特許  
出願を済ませている（特願2002-191221号）。この  
フッ素樹脂チューブ状物では、ピンホールを発生させること無  
く、肉厚20 $\mu$ m以下とすることができ、さらに引張強度を、  
25 チューブ円周方向・軸方向共に80N/mm<sup>2</sup>以上とすることが  
可能である。よって、画像定着装置の定着ロールや定着ベル  
トの最表層として、好適に使用することができる。

本発明者等の開発した上記フッ素樹脂チューブ状物によって、  
上述の試験的に作製した肉厚：20  $\mu$ m程度のPFAチューブ  
からなる表層において生じていた表層シワや表層変形、表層破

- 5   ブ状物でも、例えば画像定着装置を長時間運転した場合には、  
上記PFAチューブからなる表層に生じていた上記の問題が生  
じる場合があり、この点において未だ改善の余地を残していた。

- 本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、  
定着ロールや定着ベルトの表層として用いた場合に、優れた耐  
10   久性を発揮し得るフッ素樹脂チューブ状物と、該フッ素樹脂チ  
ューブ状物を用いた定着ロールおよび定着ベルト、並びに該定  
着ロールまたは該定着ベルトを有する画像定着装置を提供する  
ことにある。

## 15   発明の開示

- 上記目的を達成し得た本発明のフッ素樹脂チューブ状物は、  
ポリテトラフルオロエチレン系フッ素樹脂を構成要素に含むチ  
ューブ状物であって、最大肉厚が20  $\mu$ m以下である。そして  
本発明のフッ素樹脂チューブ状物は、下記（1）及び／又は  
20   （2）の特性を満足するところに要旨が存在する。

（1）円周方向およびチューブ軸方向での引張弾性率が、い  
ずれも900 N/mm<sup>2</sup>以上である

（2）円周方向およびチューブ軸方向での5%伸張時の引張  
応力が、いずれも15 N/mm<sup>2</sup>以上である

- 25   （1）円周方向およびチューブ軸方向での引張弾性率が、い  
ずれも900 N/mm<sup>2</sup>以上である前記フッ素樹脂チューブ状  
物は、平面視のいずれの方向についても、引張弾性率が500

N/mm<sup>2</sup>以上のフッ素樹脂薄膜を2回以上巻回積層して形成できる。また(2)円周方向およびチューブ軸方向での5%伸張時の引張応力が、いずれも15N/mm<sup>2</sup>以上である前記フッ素樹脂チューブ状物は、平面視のいずれの方向についても、  
5 5%伸張時の引張応力が20N/mm<sup>2</sup>以上のフッ素樹脂薄膜を2回以上巻回積層して形成できる。

さらに、本発明のフッ素樹脂チューブ状物は、表面粗さ(R<sub>a</sub>)が0.5μm以下であることが望ましい。また、上記チューブ状物は、内面に接着性向上のための表面処理が施されているものであることが好ましい。  
10

また、上記の各フッ素樹脂チューブ状物を表層に有する定着ロールおよび定着ベルト、並びに該定着ロールまたは該定着ベルトを有する画像定着装置も本発明に包含される。

なお、以下、特に断らない限り、ポリテトラフルオロエチレン系フッ素樹脂を単に「フッ素樹脂」と称する。  
15

また、本明細書でいう「表面粗さ(R<sub>a</sub>)」は、全てJIS B 0601の規定に準じて求められるR<sub>a</sub>(算術平均粗さ)を意味する。

## 20 図面の簡単な説明

図1は、芯金に対して、帯状のフッ素樹脂薄膜を螺旋状に巻回する方法を説明するための模式図である。

## 発明を実施するための最良の形態

25 本発明者等が先に開発した特願2002-191221号に係るフッ素樹脂チューブ状物を表層に有する定着ロールを画像定着装置に用い、これを長時間運転した場合などに発生し得る

表層シワや表層変形、表層破れを抑制すべく検討を重ねた結果、フッ素樹脂チューブ状物の円周方向およびチューブ軸方向について、特定の性質を高めることで、これらが達成可能であることを見出し、本発明を完成するに至った。

- 5 本発明のフッ素樹脂チューブ状物は、最大肉厚が  $20\ \mu\text{m}$  以下であり、下記（１）及び／又は（２）の特性を満足する。

（１）円周方向およびチューブ軸方向での引張弾性率がいずれも  $900\text{N}/\text{mm}^2$  以上である（以下、「特性１」という）

- 10 （２）円周方向およびチューブ軸方向での５％伸張時の引張応力（以下、「５％引張応力」という）がいずれも  $15\text{N}/\text{mm}^2$  以上である（以下、「特性２」という）

本発明では、上記特性１（引張弾性率）及び特性２（５％引張応力）のいずれかを満足していればよいが、両特性を満足していることがより好ましい。

- 15 なお、本明細書でいう引張弾性率、５％引張応力、および引張強度（後述する）は、株式会社オリエンテック製「RTC-1210A」を使用し、短冊状試験片（巾  $10\text{mm}$ ）を用いて、チャック間距離： $50\text{mm}$ 、試験速度： $100\text{mm}/\text{min}$  の条件で引張試験を実施することにより求められる値である。フッ素樹脂チューブ状物の引張試験を実施する場合には、該チューブ状物を切り開いて試験片を作成する。

引張弾性率  $E_m$  ( $\text{N}/\text{mm}^2$ ) は引張試験の際に得られた引張応力－ひずみ曲線の初荷重点より立ち上がった最初の直線部分から、下式を用いて求められる値である。

- 25  $E_m = \Delta\sigma / \Delta\varepsilon$

[  $\Delta\sigma$  : 直線上の二点間の元（引張り前）の平均断面積による応力の差、 $\Delta\varepsilon$  : 同じ二点間のひずみの差 ]



5 %引張応力は、引張試験の際に得られた引張応力-ひずみ曲線の初荷重点より、チャック間距離（50 mm）の5 %の距離を伸長した点における元（引張り前）の平均断面積当たりの応力である。

- 5 チューブ軸方向の引張弾性率が上記下限値を下回ると共にチューブ軸方向の5 %引張応力が上記下限値を下回ると、このフッ素樹脂チューブ状物を定着ロールや定着ベルトの表層に用いた場合、通紙に伴って軸方向に表層が伸びてしまうため、円周方向に表層シワが入り易くなる。同様に、円周方向の引張弾性
- 10 率が上記下限値を下回ると共に円周方向の5 %引張応力が上記下限値を下回ると、このフッ素樹脂チューブ状物を定着ロールや定着ベルトに用いた場合、通紙に伴って円周方向に表層が伸びてしまうため、チューブ軸方向に表層シワが入り易くなる。従って引張弾性率に着目した場合、円周方向およびチューブ軸
- 15 方向の引張弾性率は、共に900 N/mm<sup>2</sup>以上であることが好ましく、1000 N/mm<sup>2</sup>以上であることがより好ましい。また5 %引張応力に着目した場合、円周方向およびチューブ軸方向の5 %引張強度は、共に15 N/mm<sup>2</sup>以上であることが好ましく、20 N/mm<sup>2</sup>以上であることがより好ましい。
- 20 上記フッ素樹脂チューブ状物の厚みは、最大肉厚で20 μm以下、好ましくは15 μm以下、さらに好ましくは10 μm以下である。上述の通り、定着ロールや定着ベルトの表層に用いられるフッ素樹脂チューブ状物においては、薄肉化が求められており、かかる要求に対応するためである。すなわち、厚みが
- 25 大きすぎるとフッ素樹脂チューブ状物を表層に用いた定着ロールや定着ベルトでは、記録用紙表面の凹凸に追従し難くなり、熱容量も大きくなる。

また、フッ素樹脂チューブ状物の厚みが余り小さすぎると、表層としての強度が不十分となったり、フッ素樹脂チューブ状物の製造時、および定着ロールや定着ベルトの製造時の取り扱い性が損なわれる。よって、フッ素樹脂チューブ状物の厚みは、  
5 最大肉厚で  $2\ \mu\text{m}$  以上であることが好ましく、 $4\ \mu\text{m}$  以上であることがより好ましく、 $5\ \mu\text{m}$  以上であることがさらに好ましい。

本発明のフッ素樹脂チューブ状物では、表面粗さ ( $R_a$ ) が  $0.5\ \mu\text{m}$  以下であることが好ましく、 $0.4\ \mu\text{m}$  以下であることがより好ましく、 $0.3\ \mu\text{m}$  以下であることがさらに好ましい。表面粗さをこのようにすることで、印刷時のトナーの離型性を高めたり、用紙上のトナーへの押しムラを抑制できるため、印刷画像の画質を高めることができる。  
10

上記フッ素樹脂チューブ状物は、フッ素樹脂薄膜を2回以上巻回積層して形成されるものである。  
15

特性1（引張弾性率）を満足するフッ素樹脂チューブ状物を得るには、平面視のいずれの方向においても、引張弾性率が  $500\ \text{N}/\text{mm}^2$  以上、より好ましくは  $700\ \text{N}/\text{mm}^2$  以上の上記フッ素樹脂薄膜を用いればよい。

また、特性2（5%引張応力）を満足するフッ素樹脂チューブ状物は、平面視のいずれの方向においても、5%引張応力が  $20\ \text{N}/\text{mm}^2$  以上、より好ましくは  $30\ \text{N}/\text{mm}^2$  以上の上記フッ素樹脂薄膜を用いることで得ることができる。  
20

上記の引張弾性率または5%引張応力を有するフッ素樹脂薄膜は、例えば、以下のようにして得ることができる。  
25

フッ素樹脂薄膜に用いるフッ素樹脂としては、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 系フッ素樹脂が挙げられる。PT

F E系フッ素樹脂を用いることにより、引張弾性率や5 %引張応力に加えて、耐磨耗性、耐熱性、離型性などに優れたフッ素樹脂薄膜を得ることができる。

5 P T F E系フッ素樹脂としては、代表的にはP T F E（テトラフルオロエチレンの重合体）が挙げられるが、フッ素樹脂薄膜が上記の引張弾性率または5 %引張応力を確保できるのであれば、テトラフルオロエチレン以外のモノマーが共重合された共重合体であつたり、P T F Eに他のフッ素樹脂が混合されたブレンド物であっても構わない。

10 P T F E系フッ素樹脂が一部共重合成分を有する場合のテトラフルオロエチレン以外のモノマーとしては、エチレン、クロロトリフルオロエチレン、ビニルフルオライド、ビニリデンフルオライド、ヘキサフルオロプロピレン、パーフルオロアルキルビニルエーテルなどのエチレン系不飽和単量体などが挙げら  
15 れる。

また、P T F Eに混合可能なフッ素樹脂としては、テトラフルオロエチレンーヘキサフルオロプロピレン共重合体（F E P）、エチレンーテトラフルオロエチレン共重合体（E T F E）、テトラフルオロエチレンーパーフルオロアルキルビニル  
20 エーテル共重合体（P F A）、ポリクロロトリフルオロエチレン（P C T F E）、ポリビニリデンフルオライド（P V D F）、ポリビニルフルオライド（P V F）などが例示できる。

以下、P T F E系フッ素樹脂の中でも、特に好適なP T F Eを例にとり、フッ素樹脂薄膜の作製方法を説明する。なお、  
25 T F E系フッ素樹脂が上述の共重合体やブレンド物の場合にも、後述の手法が採用可能である。

P T F Eを構成素材とするフッ素樹脂薄膜（以下、「P T F

「E 薄膜」という)を得る方法としては、P T F E の棒材などを薄く削り取る所謂スカイピング法が一般的であるが、この方法では厚みが  $20\text{ }\mu\text{m}$  以下の薄膜を得ることは困難である。また、引張弾性率や 5 % 引張応力を上記下限値以上に制御することも

5 容易ではない。

上記の如き特性値を有する P T F E 薄膜の形成法としては、例えば、延伸多孔質 P T F E フィルムに熱プレスを施すことにより、空孔を潰して空孔率が極めて小さいか、または実質的に空孔を含有しない構造とする方法が採用できる。

10 ここで、延伸多孔質 P T F E フィルムとは、P T F E のファインパウダー（結晶化度 90 % 以上）を成形助剤と混合して得られるペーストを成形し、該成形体から成形助剤を除去した後、高温 [P T F E の融点（約  $327^{\circ}\text{C}$ ）未満の温度、例えば  $300^{\circ}\text{C}$  程度] 高速度で延伸、さらに必要に応じて焼成することにより得られるものである。

延伸の際、M D 方向（延伸多孔質 P T F E フィルム製造時の長手方向）または T D 方向（M D 方向に直交する方向）の一軸方向のみに延伸すれば、一軸延伸多孔質 P T F E フィルムが得られ、M D 方向および T D 方向の二軸方向に延伸すれば二軸延伸多孔質 P T F E フィルムが得られる。

20 一軸延伸多孔質 P T F E フィルムでは、ノード（折り畳み結晶）が延伸方向に直角に細い島状となっており、このノード間を繋ぐようにすだれ状にフィブリル（折り畳み結晶が延伸により解けて引き出された直鎖状の分子束）が延伸方向に配向している。そして、フィブリル間、またはフィブリルとノードとで面される空間が空孔となった繊維質構造となっている。また、二軸延伸多孔質 P T F E フィルムでは、フィブリルが放射状に

広がり、フィブリルを繋ぐノードが島状に点在していて、フィブリルとノードとで画された空間が多数存在するクモの巣状の繊維質構造となっている。

上記 P T F E 薄膜では、二軸延伸多孔質 P T F E フィルムを原料に用いる。二軸延伸多孔質 P T F E フィルムは、二軸方向 (M D 方向および T D 方向) に延伸されているため、一軸延伸フィルムよりも異方性が小さく、M D 方向、T D 方向のいずれにおいても、優れた特性 (強度など) を確保することができる。一軸延伸フィルムでは、T D 方向の引張弾性率と 5 % 伸張時の引張応力をフッ素樹脂薄膜に要求される前記値以上とすることが困難である。

上記延伸多孔質 P T F E フィルムでは、その空孔率が 5 ~ 9 5 % であることが好ましく、4 0 ~ 9 0 % であることがより好ましい。なお、上記空孔率は、J I S K 6 8 8 5 の規定に準じて測定される延伸多孔質 P T F E フィルムの見掛け密度  $\rho$  ( $\text{g} / \text{cm}^3$ ) と、該フィルムを構成する P T F E の密度 ( $2.2 \text{ g} / \text{cm}^3$ ) から、下式

$$\text{空孔率 (\%)} = 100 \times (2.2 - \rho) / 2.2$$

を用いて求められる値である。

また、延伸多孔質 P T F E フィルムの好適な厚みは、P T F E 薄膜の所望厚みや延伸多孔質 P T F E フィルムの空孔率などに応じて変動するが、例えば、3 ~ 5 0 0  $\mu\text{m}$  であることが好ましく、5 ~ 2 0 0  $\mu\text{m}$  であることがより好ましい。なお、本明細書でいう延伸多孔質 P T F E フィルムやフッ素樹脂薄膜 (P T F E 薄膜) の厚みは、ダイヤルゲージ (例えば、テクノロック社製 1 / 1 0 0 0 m m ダイヤルシックネスゲージ) で測定した平均厚さ (本体パネ荷重以外の荷重をかけない状態で測

定した値)である(以下、同じ)。

P T F E 薄膜の引張弾性率や5%引張応力は、上記延伸多孔質 P T F E フィルム製造時の延伸倍率と焼成条件を調整することで制御できる。P T F E 薄膜においてこれらの特性値を確保  
5 するには、延伸倍率をMD方向、TD方向共に900~5000%、より好ましくは2500~5000%とし、且つ焼成温度を370~385℃、より好ましくは375~380℃とすることが推奨される。焼成時間は、焼成温度によって異なるが、例えば370℃では15~30分、385℃では3~5分とす  
10 ることが推奨される。上記延伸倍率は、延伸前のP T F E 成形体の長さを100%としたときの値である。

延伸多孔質 P T F E フィルムから P T F E 薄膜を製造するに当たっては、まず、延伸多孔質 P T F E フィルムを、その融点未満の温度で圧縮(加圧)して、圧延フィルムを得る(第1圧  
15 縮工程)。この場合の圧縮温度は、P T F E の融点未満であれば特に制限されないが、通常、1℃以上低い温度であり、100℃以上低い温度であることがより好ましい。圧縮温度が P T F E の融点以上の場合には、P T F E 薄膜の収縮が大きくなるため、好ましくない。

20 第1圧縮工程における圧縮条件は、該工程後の圧延フィルムの空孔率が、圧縮前の延伸多孔質 P T F E フィルムの50%以下、より好ましくは20%以下、さらに好ましくは10%以下となる条件とする。圧縮力は、通常、面圧で0.5~60N/mm<sup>2</sup>であり、1~50N/mm<sup>2</sup>であることがより好ましい。  
25 この工程で用いる圧縮装置としては、フィルムを圧縮できる装置であれば特に限定されないが、カレンダーロール装置やベルトプレス装置など、ロール間またはベルト間を通して圧縮する

形式の装置が好適である。このような装置を用いれば、延伸多孔質 P T F E フィルムがロール間やベルト間に挟み込まれる際に、該フィルム内部や該フィルムの層間に存在する空気が、外部に押出され易いため、得られる P T F E 薄膜でのボイド（例  
5 えば、走査型電子顕微鏡を用いて 2 0 0 0 倍の倍率で表面を観察した際に確認できる程度のボイド）やシワの発生を抑制することができる。

次に、第 1 圧縮工程で得られた圧延フィルムを、P T F E の融点以上の温度で圧縮（加圧）する（第 2 圧縮工程）。この場  
10 合の圧縮温度は、P T F E の融点以上であれば特に制限されないが、通常、1 ~ 1 0 0 °C 以上高い温度であり、2 0 ~ 8 0 °C 高い温度であることがより好ましい。このような温度にすることで、P T F E 薄膜の表面平滑性を高めることができる。なお、圧縮温度は、圧力を開放する時点では、P T F E の融点よりも  
15 低い温度まで冷却されていることが望ましい。P T F E の融点以上の温度で圧力を開放すると、P T F E 薄膜の収縮が大きくなる他、シワが入り易くなるため、好ましくない。

第 2 圧縮工程における圧縮条件としては、得られるフッ素樹脂薄膜の空孔率が 5 % 以下、より好ましくは 1 % 以下となる条  
20 件とすることが好ましい。具体的には、圧縮力を、面圧で 0 . 0 1 ~ 5 0 N / m m <sup>2</sup> とすることが一般的であり、0 . 1 ~ 4 0 N / m m <sup>2</sup> とすることがより好ましい。この工程で用いる圧縮装置としては、フィルムを挟み込んで圧縮加工できる装置であれば特に限定されないが、一定時間の加熱および加圧が可能  
25 なホットプレス装置やベルトプレス装置が好適である。

なお、本発明のフッ素樹脂チューブ状物に用いるフッ素樹脂薄膜を、このような手法で作製する場合に、空孔が僅かに残存

することもあり得るが、最終製品であるフッ素樹脂チューブ状物において、特性上問題とならない範囲で空孔が残存していてもよい。具体的には、上記の如く、5%以下、好ましくは1%以下の空孔が残存していても構わない。空孔率が0%のフッ素樹脂薄膜が最も好ましい。

- 5      なお、延伸多孔質PTFEフィルムを圧縮しながら、PTFEの融点以上の温度をかけた後、圧力を保持した状態で、PTFEの融点以下の温度まで冷却することが可能な装置を用いれば、1パスでPTFE薄膜を得ることもできる。この方法によ
- 10      れば、圧縮開始時点から、延伸多孔質PTFEフィルムにPTFEの融点以上の温度をかけても、延伸多孔質PTFEフィルムにかけられた圧力が開放される前にPTFEの融点より低い温度まで冷却できるため、製造されるPTFE薄膜では収縮が殆ど起こらない。例えば、ベルトプレス装置を用いれば、延伸
- 15      多孔質PTFEフィルムがベルト間で圧縮された状態で、PTFEの融点以上の温度をかけた後、該融点よりも低い温度まで冷却することにより、収縮を抑制しつつPTFE薄膜を製造することができる。また、ベルトプレス装置であれば、延伸多孔質PTFEフィルムがベルト間に挟み込まれる際に、該フィル
- 20      ム内部や該フィルムの層間に存在する空気が、外部に押出されるため、得られるPTFE薄膜での上記程度のボイドやシワの発生を抑制することもできる。しかもこのベルトプレス装置は、PTFE薄膜の連続生産も可能とするため、好ましく採用し得る。
- 25      上記第1圧縮工程の実施に当たっては、PTFE薄膜のボイドを少なくするために、圧縮操作を2段階以上に分けて行うことも好ましい。



また、第2圧縮工程では、ホットプレス装置を用いる場合、表面が平滑な耐熱性フィルムを熱プレス板と圧延フィルムの間  
に介在させて加熱圧縮してもよい。ベルトプレス装置を用いる  
際にも、ベルトとフィルム（延伸多孔質PTFEフィルムまたは  
5 圧延フィルム）の間に表面が平滑な耐熱性フィルムを介在さ  
せて加熱圧縮することもできる。耐熱性フィルムとしては、ポ  
リイミドフィルムなどが好適である。この方法によれば、PT  
FE薄膜の表面粗さ（Ra）を耐熱性フィルムの表面粗さ（R  
a）と同等にすることができる。よって、ホットプレス装置の  
10 熱プレス板表面や、ベルトプレス装置のベルト表面をあまり平  
滑にできない場合に有効である。

例えば、第2圧縮工程で使用するホットプレス装置の熱プレ  
ス板を鏡面処理して、表面粗さ（Ra）を $0.1\mu\text{m}$ 以下とし  
ておけば、上述の耐熱性フィルムを使用せずに、PTFE薄膜  
15 の表面粗さ（Ra）を $0.1\mu\text{m}$ 以下とすることができる。他  
方、ホットプレス装置の熱プレス板の表面粗さ（Ra）が比較  
的大きい場合でも、上述の耐熱性フィルムとして、表面粗さ  
（Ra）が $0.01\mu\text{m}$ 以下のものを使用すれば、PTFE薄  
膜の表面粗さ（Ra）を $0.01\mu\text{m}$ 以下とすることが可能で  
20 ある。

PTFE薄膜の表面粗さ（Ra）を $0.1\mu\text{m}$ 以下とすること  
ができれば、PTFE薄膜を巻回積層して得られるフッ素樹  
脂チューブ状物の表面粗さ（Ra）を上述の好ましい上限値以  
下とすることができる。PTFE薄膜の表面粗さ（Ra）が上  
25 記上限値を超えると、フッ素樹脂チューブ状物成形時の薄膜の  
収縮などにより、フッ素樹脂チューブ状物の表面粗さ（Ra）  
が上述の好ましい上限値を超えることがある。また、表面粗さ

(R a) が上記上限値を超える P T F E 薄膜から得られるフッ素樹脂チューブ状物を定着ロールの表層材に使用した場合に、下地弾性層などの影響により、表層材の表面が粗くなることがある。

- 5 上述の熱プレス法によれば、スカイピング法では困難であった P T F E 薄膜（例えば厚み：20  $\mu$  m 以下）を容易に得ることができる。例えば、空孔率：80%、厚み：40  $\mu$  m の延伸多孔質 P T F E フィルムを、カレンダーロール（ロール温度：70℃）で、空孔率：2%、厚み：12  $\mu$  m まで圧延し（第1  
10 圧縮工程）、その後、ベルトプレス装置で、プレス板温度：320～400℃、圧力：10.0 N/mm<sup>2</sup>、送り速度：0.5～2.0 m/min、プレス時間：0.5～10 min の条件でプレスする（第2圧縮工程）ことにより、空孔率：0%、厚み：10  $\mu$  m の P T F E 薄膜を得ることができる。また、空  
15 孔率：85%、厚み：9  $\mu$  m の延伸多孔質 P T F E フィルムに対して、上記と同様の加工を行うことで、空孔率：0%、厚み：2  $\mu$  m の P T F E 薄膜を得ることができる。

さらに、上記熱プレス法では、1枚の延伸多孔質 P T F E フィルムから、単独の P T F E 薄膜を得ることができる他、2～  
20 100枚、好ましくは2～20枚の延伸多孔質 P T F E フィルムを積層して、積層 P T F E 薄膜とすることもできる。

このようにして得られる P T F E 薄膜の厚みは、0.1  $\mu$  m 以上、好ましくは0.5  $\mu$  m 以上、さらに好ましくは1  $\mu$  m 以上であって、10  $\mu$  m 以下、好ましくは5  $\mu$  m 以下、より好ま  
25 しくは3  $\mu$  m 以下、さらに好ましくは2  $\mu$  m 以下であることが推奨される。また、この P T F E 薄膜は、比重が2.0以上であり、走査型電子顕微鏡による表面観察（倍率：2000倍）

では、ボイド、ピンホール、フィブリル構造は観察されない。  
さらにこの P T F E 薄膜は、目視による外観は均一な透明フィルムであり、ボイド、ピンホール、フィブリル構造の存在に起因する白色不透明部や白筋などは観察されない。

- 5       なお、このような手法によって、上記 P T F E 薄膜の如きフッ素樹脂薄膜は、平面視のいずれの方向についても、引張弾性率または 5 % 引張応力が上記範囲内となるようにすることができるが、かかる引張弾性率または 5 % 引張応力は、平面視の全ての方向について測定する必要はなく、代替手法として、M D  
10       方向に平行な方向（以下、単に「M D 方向」という）、T D 方向に平行な方向（以下、単位「T D 方向」という）の両方向について測定することで確認することができる。

- 上記 P T F E 薄膜の如きフッ素樹脂薄膜から本発明のフッ素樹脂チューブ状物を製造するには、該フッ素樹脂薄膜を巻回積層する。巻回積層時の各層の接着は、熱融着法でもよく、接着  
15       剤層を介して行う方法であってもよい。

- 熱融着法の場合には、例えば、金属製の円柱（S U S など）を芯金とし、この周りにフッ素樹脂薄膜を所定回数巻回した後、フッ素樹脂の融点以上で加熱焼成して、巻回積層された各層間  
20       を熱融着させる。その後芯金を取り外すことにより、フッ素樹脂チューブ状物を得ることができる。

- また、接着剤層を介して接着させる方法では、片面に接着剤を塗布などしたフッ素樹脂薄膜を、接着剤塗布面側を内側にし  
25       て上記芯金の周りに所定回数巻回し、必要に応じて加熱して、巻回積層された各層間を接着させる。その後芯金を取り外すことにより、フッ素樹脂チューブ状物を得ることができる。

      このような手法を用いて得られるフッ素樹脂チューブ状物で

は、各層間に空気の噛み込みなどはなく、完全に各層同士が接着した状態となっており、その接着強度は、層間剥離時にフッ素樹脂薄膜の凝集破壊がおこる程度である。

5      なお、予めフッ素樹脂薄膜の片面あるいは両面に従来公知のコロナ放電処理やケミカルエッチング処理、エキシマレーザー処理などの表面処理を施しておくことで、熱融着法の場合や、  
10      接着剤層を介して接着させる方法であって加熱を実施する場合に、より少ない加熱時間で十分な層間接着強度を得ることが可能であり、フッ素樹脂チューブ状物の熱劣化を抑制することができる。これらの処理は、フッ素樹脂薄膜の両面に施した方が  
15      接着性改善効果は大きい。フッ素樹脂薄膜の外面を処理することにより、フッ素樹脂薄膜表面が荒れてフッ素樹脂チューブ状物の表面粗さ（ $R_a$ ）が低下する場合には、フッ素樹脂薄膜内面の接着部分にのみ処理を行うことが推奨される。

20      また、芯金とフッ素樹脂チューブ状物との剥離性を高めるために、サンドブラスト加工などにより芯金の表面を粗面化しておくことも好ましい。

25      巻回方法は、フッ素樹脂薄膜をチューブ状に積層できる方法であれば特に限定されないが、例えばのり巻き状に巻回する方法や、帯状のフッ素樹脂薄膜を螺旋状に巻回する方法などが挙げられる。

30      帯状のフッ素樹脂薄膜を螺旋状に巻回する方法を、図1を用いて説明する。図1において、1は帯状フッ素樹脂薄膜を、2は芯金（芯棒）を表している。また、3は芯金に対する巻回相当長さを示している。この巻回相当長さ3を芯金2の外径で除した値が巻回数となる。

35      図1に示すように、帯状フッ素樹脂薄膜1を芯金2に対して

傾斜した状態に置き、この状態で芯金 2 に帯状フッ素樹脂薄膜 1 を巻回することにより、フッ素樹脂薄膜を螺旋巻して形成したチューブ状物を得ることができる。

また、複数枚のフッ素樹脂薄膜を順次巻回してもよい。例えば、1 枚目のフッ素樹脂薄膜を芯金に 1 回以上巻回した後、このフッ素樹脂薄膜の上に、2 枚目のフッ素樹脂薄膜を 1 回以上巻回してフッ素樹脂チューブ状物を形成してもよい。

なお、本発明のフッ素樹脂チューブ状物では、フッ素樹脂薄膜を巻回積層して形成する関係上、該チューブ状物の外表面にはフッ素樹脂薄膜の端部が存在するため、この薄膜端部により段差が生じる。また、フッ素樹脂薄膜の巻き始め端部（先端部）と巻き終わり端部（終端部）の位置が、チューブ状物の円周方向の同じ位置で無い場合は、薄膜端部を境にしてチューブ状物の厚みに差が生じる。

例えば、フッ素樹脂薄膜を「 $n \sim n + 1$ 」（ $n$  は 1 以上の整数）の巻回数で巻回した場合には、チューブ状物外面を形成する最表面のフッ素樹脂薄膜の端部の位置を境にして、チューブ状物の肉厚が  $n$  層分の領域（薄肉部）と  $n + 1$  層分の領域（厚肉部）が形成される。フッ素樹脂薄膜先端部と終端部について、チューブ状物円周方向での位置を完全に合わせることで、こうしたチューブ状物の厚み差は無くすることができるが、実生産ではバラツキが生じ得るため、フッ素樹脂薄膜先端部と終端部の位置ずれが発生して上記厚み差が生じてしまう。

本発明者等の検討によれば、上記厚み差が大きい場合には、フッ素樹脂チューブ状物を表層材に使用した定着ロールや定着ベルトを有する画像定着装置では、画像定着工程時に、該チューブ状物の薄肉部に当たる部分と厚肉部に当たる部分との間で

表面温度の差が大きくなり、目視で確認できるほどの色差や光沢差が印刷画像に生じる場合のあることが判明している。

よって、本発明では、フッ素樹脂薄膜の巻回数を2以上、より好ましくは3以上とすることで、フッ素樹脂チューブ状物における上記厚み差を小さくすることとしている。この場合には、  
5 上述の薄肉部に当たる部分と厚肉部に当たる部分との間での表面温度差を低減することができ、印刷画像における色差や光沢差を目視で確認できない程度にまで抑え得る。フッ素樹脂薄膜の巻回数の上限は特に制限されないが、例えば100回とすることが好ましく、より好ましい上限は30回、さらに好ましい上限は20回である。

また、フッ素樹脂薄膜端部に基づくフッ素樹脂チューブ状物表面の段差によっても、印刷画像にライン状の跡が発生する場合がある。このライン状の跡の発生を抑えるには、フッ素樹脂  
15 チューブ状物の製造に、厚みの薄いフッ素樹脂薄膜を用いることが効果的である。例えば、厚みが20  $\mu\text{m}$ 以下、さらには15  $\mu\text{m}$ 以下、特には10  $\mu\text{m}$ 以下のフッ素樹脂薄膜を用いれば、印刷画像に発生するライン状の跡をかなり減少させることができる。例えば、厚みが2  $\mu\text{m}$ 以下のフッ素樹脂薄膜を用いた場合  
20 には、印刷画像におけるライン状の跡は、目視では、ほぼ観察できなくなる。

なお、フッ素樹脂薄膜の厚みが薄くしても、巻回数を増加させてチューブ状物の肉厚をある程度高めることで、定着部材（定着ロールまたは定着ベルト）の寿命を確保することができる。例えば、PTFE薄膜厚：6  $\mu\text{m}$ 、巻回数：3.5のPTFEチューブ状物（肉厚：約18～24  $\mu\text{m}$ ）と、PTFE薄膜厚：1.7  $\mu\text{m}$ 、巻回数：12.5のPTFEチューブ状物

(肉厚：約 20.4 ~ 22.1  $\mu\text{m}$ ) は、ほぼ同等の耐久性を有している。ただし、フッ素樹脂薄膜の巻回数は、少ない方が製造コストの面で有利である。このように、本発明のフッ素樹脂チューブ状物では、その肉厚を決定するに当たり、フッ素樹脂薄膜の厚みと巻回数とを任意に組み合わせることができる。

本発明のフッ素樹脂チューブ状物は優れた引張強度を有しており、具体的には、円周方向、チューブ軸方向のいずれにおいても、その引張強度が、通常 80  $\text{N}/\text{mm}^2$  以上であり、より好ましくは 100  $\text{N}/\text{mm}^2$  以上である。また、優れた光線透過率も有しており、例えば、波長が 500 nm の光について、分光光度計（例えば島津製作所製「UV-240」）で測定される透過率が、好ましくは 35 ~ 95 % である。光線透過率が低すぎる場合には、フッ素樹脂薄膜がボイドを含んでいることがあり、この場合、ボイドの存在により画像定着時において熱伝導ムラが生じ得るため、トナーの溶融ムラを引き起こすことがある。また、光線透過率が低すぎる場合には、ボイドや表面のシワに起因して、チューブ表面の表面粗さ ( $R_a$ ) が上述の上限値を超えることがある。この場合にはトナーの離型性や用紙上のトナーへの圧しムラが生じることがあり、画質低下が引き起こされるおそれがある。

定着ロールや定着ベルトの表層材としての用途を考慮して、上記フッ素樹脂チューブ状物の内面には、接着性向上のための表面処理が施されていることが好ましい。このような表面処理としては、従来公知のコロナ放電処理、ケミカルエッチング処理、エキシマレーザー処理などが挙げられる。例えば、テトラ H（潤工社製）を用いてフッ素樹脂チューブ状物内面にケミカルエッチングを施した後、常法に従って定着ロールや定着ベル

トの表層に用いることができる。この場合、ケミカルエッチングが施された面は、着色や微細なひび割れが発生する場合があるが、定着ロールや定着ベルトの表層として使用するに当たっては、支障はない。

- 5 定着ロールの回転方向に対する上記フッ素樹脂チューブ状物の取り付け方向は、厚肉部から薄肉部への順でニップ部に入っていく方向と、薄肉部から厚肉部の順でニップ部に入っていく方向の二種類がある。印刷画像に発生するシームライン跡や、定着ロール表層の薄肉部と厚肉部に対応する色差、光沢差が発生する場合では、どちらの方向についてもほぼ同程度となるが、  
10 表層の剥離に対する有利性の観点から、厚肉部から薄肉部の順でニップ部に入っていく方向とする方が好ましい。

- 本発明のフッ素樹脂チューブ状物は所定の厚さ以下でありながら、所定の引張弾性率及び／又は所定の5%引張応力を満足  
15 しているため、高画質や消費電力の低減を達成し得る画像定着装置の定着ロールや定着ベルトの表層材として用いた場合に、表層シワや表層変形、表層破れの発生を高度に抑制可能な、耐久性に優れたフッ素樹脂チューブ状物を提供することができる。

## 20 実施例

以下、実施例に基づいて本発明を詳細に述べる。ただし、下記実施例は本発明を制限するものではなく、前・後記の趣旨を逸脱しない範囲で変更実施をすることは、全て本発明の技術的範囲に包含される。

### 25 <作製例1 フッ素樹脂薄膜の作製>

#### 作製例1-1

P T F E ファインパウダー（旭硝子株式会社製「フルオンC



D 1 2 3」) から常法に従い、厚み：.0 . 2 m m、幅：1 5 0 m mの未焼成テープを作製した。すなわち、P T F Eファインパウダーに成形助剤を混合してペーストとし、これを押出し、ロール圧延した後、成形助剤を乾燥除去する手法を採用した。

- 5      この未焼成テープを、2軸延伸機を用い、延伸温度：3 0 0 °C、延伸速度：5 0 % / 秒の条件で、まずMD方向に2 0 倍（1 9 0 0 %）に延伸し、次いでTD方向に2 6 倍（2 5 0 0 %）延伸した。次いで四辺を固定した状態で、3 7 5 °Cで1 5 分焼成を行い、延伸多孔質P T F Eフィルム（空孔率：8 0 %、厚み：7 . 5 μ m）を得た。

上記延伸多孔質P T F Eフィルムを、カレンダーロール装置を用い、ロール温度：7 0 °C、線圧：8 N / m m <sup>2</sup>、送り速度：6 . 0 m / m i nの条件で圧縮し（第1圧縮工程）、空孔率：2 %、厚さ：1 . 7 μ mで白濁色の圧延フィルムを得た。

- 15    この圧延フィルムを2枚のポリイミドフィルム（宇部興産社製「ユーピレックス2 0 S」）の間に挟み、ホットプレス装置で、プレス板温度：4 0 0 °C、面圧：1 0 N / m m <sup>2</sup>の条件で5 分間熱プレスした後、面圧を保持したまま6 0 分間かけて室温まで冷却し（第2圧縮工程）、P T F E薄膜を得た。得られたP T F E薄膜の構造および特性を表1に示す。

#### 作製例 1 - 2

- 延伸多孔質P T F E薄膜を製造する際の延伸倍率を、MD方向：1 0 倍（9 0 0 %）、TD方向：1 5 倍（1 4 0 0 %）に変更した他は、作製例 1 - 1 と同様にしてP T F E薄膜を作製した。得られたP T F E薄膜の構造および特性を表1に示す。

#### 作製例 1 - 3

P T F Eファインパウダー（旭硝子株式会社製「フルオンC

D 1 2 3」) から作製例 1 - 1 と同様に、厚み：0.1 mm、幅：150 mm の未焼成テープを作製した。この未焼成テープを、2 軸延伸機を用い、延伸温度：300℃、延伸速度：20%/秒の条件で、まず MD 方向に 1.5 倍 (1400%) に  
5 延伸し、次いで TD 方向に 1.5 倍 (1400%) 延伸した。次いで四辺を固定した状態で、360℃で 5 分焼成を行い、延伸多孔質 PTFE フィルムを得た。得られた延伸多孔質 PTFE フィルムを用い、作製例 1 - 1 と同様に PTFE 薄膜を得た。得られた PTFE 薄膜の構造および特性を表 1 に示す。

10 作製例 1 - 4

作製例 1 - 1 と同様に得られた未焼成テープを、2 軸延伸機を用い、延伸温度：300℃、延伸速度：50%/秒の条件で、まず MD 方向に 1.4 倍 (1300%) に延伸し、次いで TD 方向に 3.5 倍 (3400%) 延伸した。次いで四辺を固定  
15 した状態で、360℃で 5 分焼成を行い、延伸多孔質 PTFE フィルムを得た。得られた延伸多孔質 PTFE フィルムを用い、作製例 1 - 1 と同様に PTFE 薄膜を得た。得られた PTFE 薄膜の構造および特性を表 1 に示す。

表1

作製例	PTFE薄膜の構造		PTFE薄膜の特性								
	空孔率 (%)	厚み ( $\mu\text{m}$ )	引張弾性率 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )			5%引張応力 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )			引張強度 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )		
			引張弾性率 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )			5%引張応力 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )			引張強度 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )		
			MD方向	TD方向	斜め方向	MD方向	TD方向	斜め方向	MD方向	TD方向	斜め方向
1-1	0	1.5	2200	1450	1650	120	60	85	660	400	480
1-2	0	5.0	1430	700	830	60	20	35	210	140	170
1-3	0	1.4	400	490	430	13	15	13	200	230	210
1-4	0	1.5	450	2800	1200	18	125	60	180	390	245

表 1 中、「斜め方向」は、MD 方向に対して +45° の方向を意味している。

## < 作製例 2 フッ素樹脂チューブ状物の作製 >

### 作製例 2-1

5 作製例 1-1 で得られた PTFE 薄膜の片面にコロナ放電処理  
(条件: 50 W / m<sup>2</sup> · min) を施した。その後、この PTFE  
薄膜を芯金 (SUS304 製円柱、外径: 26.2 mm、幅: 50  
0 mm) に巻き付けた。巻き付けは、PTFE 薄膜のコロナ放電処理  
面が内側となるように、且つ MD 方向が芯金の円周方向となるよう  
10 に、のり巻き状に 6.1 ラップ [6 回 (6 層) 巻回し、さらに最表面  
にある PTFE 薄膜端部から円周長さの 0.1 倍分だけが 7 層目  
を形成している状態] 巻き付けた。その後、芯金の円柱軸方向のフ  
ィルム端部をリング状ストッパーで固定した。これを 400℃ のオー  
ープンに入れて 30 分焼成し、冷却後にストッパーを外し、芯金を  
15 抜いて、最大肉厚が 10.5 μm (7 層部厚み: 10.5 μm、6  
層部厚み: 9.0 μm)、内径: 26.3 mm のフッ素樹脂チュー  
ブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性  
を表 2 に示す。

### 作製例 2-2

20 PTFE 薄膜の TD 方向が芯金の円周方向となるように巻き付け  
た他は、作製例 2-1 と同様にして、最大肉厚が 10.5 μm (7  
層部厚み: 10.5 μm、6 層部厚み: 9.0 μm)、内径: 26.  
3 mm のフッ素樹脂チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チュ  
ーブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

### 25 作製例 2-3

作製例 1-2 で得られた PTFE 薄膜を用いたこと、およびコロ  
ナ放電処理後の芯金への巻回を 2.1 ラップとしたこと以外は、作

製例 2-1 と同様にして、最大肉厚が  $15.0\ \mu\text{m}$  (3 層部厚み： $15.0\ \mu\text{m}$ 、2 層部厚み： $10.0\ \mu\text{m}$ )、内径： $26.3\ \text{mm}$  のフッ素樹脂チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

5 作製例 2-4

P T F E 薄膜の T D 方向が芯金の円周方向となるように巻き付けた他は、作製例 2-3 と同様にして、最大肉厚が  $15.0\ \mu\text{m}$  (3 層部厚み： $15.0\ \mu\text{m}$ 、2 層部厚み： $10.0\ \mu\text{m}$ )、内径： $26.3\ \text{mm}$  のフッ素樹脂チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

作製例 2-5

コロナ放電処理後の P T F E 薄膜の、芯金への巻回を 1.5 ラップとした以外は、作製例 2-3 と同様にして、最大肉厚が  $10.0\ \mu\text{m}$  (2 層部厚み： $10.0\ \mu\text{m}$ 、1 層部厚み： $5.0\ \mu\text{m}$ )、内径： $26.3\ \text{mm}$  のフッ素樹脂チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

作製例 2-6

P T F E 薄膜を芯金 (S U S 3 0 4 製円柱、外径： $30.7\ \text{mm}$ 、幅： $500\ \text{mm}$ ) に巻付ける以外は、作製例 2-1 と同様にして、最大肉厚が  $10.5\ \mu\text{m}$  (7 層部厚み： $10.5\ \mu\text{m}$ 、6 層部厚み： $9.0\ \mu\text{m}$ )、内径： $30.8\ \text{mm}$  のフッ素樹脂チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

作製例 2-7

25 作製例 1-3 で得られた P T F E 薄膜を用いた以外は、作製例 2-1 と同様にして、最大肉厚が  $9.8\ \mu\text{m}$  (7 層部厚み： $9.8\ \mu\text{m}$ 、6 層部厚み： $8.4\ \mu\text{m}$ )、内径： $26.3\ \text{mm}$  のフッ素樹脂

チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

作製例 2-8

5 作製例 1-3 で得られた P T F E 薄膜を用いた以外は、作製例 2-2 と同様にして、最大肉厚が  $9.8 \mu\text{m}$  (7 層部厚み:  $9.8 \mu\text{m}$ 、6 層部厚み:  $8.4 \mu\text{m}$ )、内径:  $26.3 \text{ mm}$  のフッ素樹脂チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

作成例 2-9

10 作製例 1-4 で得られた P T F E 薄膜を用いた以外は、作製例 2-1 と同様にして、最大肉厚が  $10.5 \mu\text{m}$  (7 層部厚み:  $10.5 \mu\text{m}$ 、6 層部厚み:  $9.0 \mu\text{m}$ )、内径:  $26.3 \text{ mm}$  のフッ素樹脂チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

15 作製例 2-10

作製例 1-4 で得られた P T F E 薄膜を用いた以外は、作製例 2-2 と同様にして、最大肉厚が  $10.5 \mu\text{m}$  (7 層部厚み:  $10.5 \mu\text{m}$ 、6 層部厚み:  $9.0 \mu\text{m}$ )、内径:  $26.3 \text{ mm}$  のフッ素樹脂チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

20 作製例 2-11

作製例 1-3 で得られた P T F E 薄膜を用いた以外は、作製例 2-6 と同様にして、最大肉厚が  $9.8 \mu\text{m}$  (7 層部厚み:  $9.8 \mu\text{m}$ 、6 層部厚み:  $8.4 \mu\text{m}$ )、内径:  $30.8 \text{ mm}$  のフッ素樹脂チューブ状物を得た。得られたフッ素樹脂チューブ状物の構造および特性を表 2 に示す。

表2

作製例	フッ素樹脂チューブ状物の構造		フッ素樹脂チューブ状物の特性					
	空孔率 (%)	最大肉厚 ( $\mu\text{m}$ )	引張弾性率 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )		5%引張応力 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )		引張強度 ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )	
			円周方向	軸方向	円周方向	軸方向	円周方向	軸方向
2-1	0	10.5	2000	1740	100	50	400	380
2-2	0	10.5	1680	1990	50	90	360	390
2-3	0	15.0	1300	900	55	15	130	80
2-4	0	15.0	900	1220	15	50	90	120
2-5	0	10.0	1200	900	50	15	110	80
2-6	0	10.5	2000	1740	100	50	400	380
2-7	0	9.8	500	650	10	10	100	110
2-8	0	9.8	550	500	11	10	130	110
2-9	0	10.5	650	3600	13	100	80	250
2-10	0	10.5	3400	600	90	13	220	100
2-11	0	9.8	500	650	10	10	100	110

表 2 中、「円周方向」および「軸方向」は、夫々フッ素樹脂チューブ状物の円周方向および軸方向を意味している。

### < 作製例 3 定着ロールの作製 >

#### 作製例 3 - 1

- 5 作製例 2 - 1 で得られたフッ素樹脂チューブ状物の片側端部をクリップで閉じ、その内部に 25℃ の Na / ナフタレン錯塩溶液（潤工社製「テトラ H」）を注いで 10 秒保持した後、該溶液をチューブ状物から排出した。続いて、メタノール、水、メタノールの順に、  
10 Na / ナフタレン錯塩溶液と同様にフッ素樹脂チューブ状物内に注いで各 10 秒保持し、排出する操作を行った。その後、このフッ素樹脂チューブ状物の内外面にエアを吹き付けて乾燥させた。

- 乾燥後のフッ素樹脂チューブ状物内面にプライマー（東レダウコーニング社製「DY39-051」）を塗布し、内径：26.7 mm のロール成形用金型の内壁に添装した。さらにフッ素樹脂チューブ状物の内部中央にアルミニウム芯軸（外径：25.5 mm、胴長：410 mm）を配し、フッ素樹脂チューブ状物とアルミニウム芯軸との間にシリコンゴム（信越化学社製「KE-1356」）を注入し、130℃ で 30 分熱硬化させ、さらに 200℃ で 4 時間  
15 2 次硬化させて、フッ素樹脂チューブ状物を表層に有する定着ロールを得た。  
20

#### 作製例 3 - 2 ~ 3 - 9

表 3 に示すフッ素樹脂チューブ状物を用いた他は、作製例 3 - 1 と同様にして、フッ素樹脂チューブ状物を表層に有する定着ロールを得た。



表3

定着ロール	使用したフッ素樹脂チューブ状物
作製例3-1	作製例2-1
作製例3-2	作製例2-2
作製例3-3	作製例2-3
作製例3-4	作製例2-4
作製例3-5	作製例2-5
作製例3-6	作製例2-7
作製例3-7	作製例2-8
作製例3-8	作製例2-9
作製例3-9	作製例2-10

## &lt; 評価 &gt;

上記作製例3-1～3-9で得られた定着ロールを、富士ゼロックス社製カラープリンター「DocuPrint C2220」に搭載して通紙評価を行い、通紙に伴う定着ロール表層でのシワの発生と、そのシワ跡の印刷画像への影響を調べた。通紙評価の結果の表記基準を表4に、評価結果を表5に示す。

表4

表記	通紙評価の結果
1	シワ無し
2a	定着ロール軸方向のシワが発生
2b	定着ロール円周方向のシワが発生
3a	定着ロール軸方向のシワが拡大
3b	定着ロール円周方向のシワが拡大
4	定着ロール軸方向のシワが拡大／円周方向のシワが発生
5	定着ロールの軸方向および円周方向のシワが拡大

表5

	通紙枚数	表層状態									印刷画像にシワ跡が 発生した時の通紙枚数
		0	5000	10000	20000	40000	50000	80000	100000		
定着 ロール	作製例3-1	1	1	1	1	1	1	1	1	発生せず	
	作製例3-2	1	1	1	1	1	1	1	1	発生せず	
	作製例3-3	1	1	1	1	1	1	1	1	発生せず	
	作製例3-4	1	1	1	1	1	1	1	1	発生せず	
	作製例3-5	1	1	1	1	1	1	1	2b	発生せず	
	作製例3-6	1	2a	2a	2a	2a	4	5	5	軸方向のシワ跡:7500 円周方向のシワ跡:65000	
	作製例3-7	1	2a	3a	3a	3a	4	5	5	軸方向のシワ跡:7500 円周方向のシワ跡:70000	
	作製例3-8	1	2a	3a	3a	3a	3a	3a	3a	軸方向のシワ跡:6000	
	作製例3-9	1	1	1	1	1	2b	3b	3b	円周方向のシワ跡:65000	

引張弾性率および 5 % 引張応力が、円周方向、軸方向共に好適な値であるフッ素樹脂チューブ状物（作製例 2-1 ~ 2-5）を表層材に用いた定着ロール（作製例 3-1 ~ 3-5）では、通紙枚数が非常に多い段階でも、表層の状態が良好で、印刷画像への悪影響が抑えられており、長期間の使用に耐え得る耐久性を有していることを示している。これに対し、引張弾性率および 5 % 引張応力が、円周方向および／または軸方向について、好適な値を示さないフッ素樹脂チューブ状物（作製例 2-7 ~ 2-10）を表層材に用いた定着ロール（作製例 3-6 ~ 3-9）では、通紙枚数が比較的少ない段階で表層の状態が悪化している。

また、作製例 3-3 の定着ロールと、作製例 3-5 の定着ロールを用いた場合の印刷画像での光沢ムラの有無を調べ、これらに用いたフッ素樹脂チューブ状物（作製例 2-3 および 2-5）の肉厚の厚み差による影響を調べた。その結果、作製例 3-5 の定着ロールを用いて得られた印刷画像では、この定着ロールの原料フッ素樹脂チューブ状物（作製例 2-5）におけるフッ素樹脂薄膜の巻回数が 2 回を下回っているため、このチューブ状物内で、最も厚い部分での厚みが、最も薄い部分の約 2 倍となっており、これに起因する光沢ムラが生じた。これに対し、作製例 3-3 の定着ロールを用いて得られた印刷画像では、この定着ロールの原料フッ素樹脂チューブ状物（作製例 2-3）におけるフッ素樹脂薄膜の巻回数が 2 回以上であり、このチューブ状物内での厚み差が小さくなっているため、上記のような光沢ムラは発生しなかった。

#### < 作製例 4 定着ベルトの作製 >

##### 25 作製例 4-1

ポリイミドワニス（宇部興産社製「Uワニス S」）を芯金（SUS 304 製円柱、外径：30.0 mm、幅：500 mm）の外壁に

塗布し、この芯金を内径 31.0 mm のダイスの中心に通して、余剰なポリイミドワニスを掻き落とし、芯金上にポリイミドワニスの塗布薄膜を得た。次いで 300℃ で 30 分間加熱した後、芯金を取  
5 ミドチューブを得た。得られたポリイミドチューブの外表面をコロナ放電処理（条件：100 W / m<sup>2</sup>・min）した後、プライマー（東レダウコーニング社製「DY39-012」）を約 2 μm の厚みで塗布し、芯金（SUS304 製円柱、外径：29.9 mm、幅：500 mm）をポリイミドチューブの中空に挿入した。

- 10 作製例 2-6 で得られたフッ素樹脂チューブ状物に、作製例 3-1 と同様にして内面処理とプライマー処理を施した後、ロール成形用金型（SUS304、内径：31.2 mm、幅：500 mm）の内壁に添装した。このロール成形用金型中空部の中心に上記のポリイミドチューブが被せられた芯金を挿入し、フッ素樹脂チューブ状  
15 物とポリイミドチューブとの間にシリコンゴム（信越化学社製「KE-1356」）を注入し、130℃ で 30 分熱硬化させ、さらに 200℃ で 4 時間 2 次硬化させた後に、ロール成形用金型と芯金を取り外して最大肉厚が 65 μm（ポリイミド層、シリコンゴム層、フッ素樹脂層）、外径：31.2 mm、長さ 343 mm のフ  
20 ッ素樹脂チューブ状物を表層に有する定着ベルトを得た。

#### 作製例 4-2

- 作製例 2-11 で得られたチューブを用いた以外は、作製例 4-1 と同様にして、最大肉厚が 65 μm（ポリイミド層、シリコン  
25 ゴム層、フッ素樹脂層）、外径：31.2 mm、長さ 343 mm のフッ素樹脂チューブ状物を表層に有する定着ベルトを得た。

#### < 評価 >

富士ゼロックス社製カラープリンター「DocuPrint C2

220」の定着ユニットを取出して台座に固定し、定着ロールシャフトに取り付けられたギアと外部モーターの軸に取り付けられたギアを噛み合わせて、モーターの駆動を定着ロールに伝え、定着ユニットの定着ロールと定着ベルトがニップした状態で回転駆動できるベンチ評価機を作製した。このベンチ評価機に作製例4-1、4-2で得られたベルトを搭載して、室温で48rpm（定着ロール基準）の回転駆動を連続で加えた時の、定着ロール表層でのシワの発生と、そのシワ跡の印刷画像への影響を調べた。連続駆動評価の結果の表記基準を表6に、評価結果を表7に示す。

10

表6

表記	通紙評価の結果
1	シワ無し
2a	定着ベルト軸方向のシワが発生
3a	定着ベルト軸方向のシワが拡大

15

表7

	駆動時間(h)	表層状態						印刷画像にシワ跡が 発生した時の駆動時間
		0	1	5	10	24	48	
定着	作製例4-1	1	1	1	1	1	1	発生せず
ベルト	作製例4-2	1	2a	3a	3a	3a	3a	発生せず

引張弾性率および 5 % 引張応力が、円周方向、軸方向共に好適な値であるフッ素樹脂チューブ状物（作製例 2 - 6）を表層材に用いた定着ベルト（作製例 4 - 1）では、駆動時間が非常に長い段階でも、表層の状態が良好であり、長期間の使用に耐え得る耐久性を有していることを示している。これに対し、引張弾性率および 5 % 引張応力が、円周方向および軸方向について、好適な値を示さないフッ素樹脂チューブ状物（作製例 2 - 11）を表層材に用いた定着ロール（作製例 4 - 2）では、駆動時間が比較的短い段階で表層の状態が悪化している。

#### 産業上の利用可能性

本発明のフッ素樹脂チューブ状物は、フッ素樹脂チューブ状物の表層シワや表層変形、表層破れの発生を高度に抑制可能であるため、種々の画像定着装置（特に、高画質や消費電力の低減が求められる画像定着装置）や、この画像定着装置に採用される定着ロールや定着ベルトに有利に使用できる。

## 請 求 の 範 囲

1. ポリテトラフルオロエチレン系フッ素樹脂を構成要素に含むチューブ状物であって、

5 最大肉厚が  $20\ \mu\text{m}$  以下であり、

下記(1)及び／又は(2)の特性を満足することを特徴とするフッ素樹脂チューブ状物。

(1) 円周方向およびチューブ軸方向での引張弾性率が、いずれも  $900\text{N}/\text{mm}^2$  以上である

10 (2) 円周方向およびチューブ軸方向での5%伸張時の引張応力が、いずれも  $15\text{N}/\text{mm}^2$  以上である

2. 円周方向およびチューブ軸方向での引張弾性率が、いずれも  $900\text{N}/\text{mm}^2$  以上である上記フッ素樹脂チューブ状物は、

15 平面視のいずれの方向についても引張弾性率が  $500\text{N}/\text{mm}^2$  以上となるフッ素樹脂薄膜を2回以上巻回積層して形成されるものである請求項1に記載のフッ素樹脂チューブ状物。

3. 円周方向およびチューブ軸方向での5%伸張時の引張応力が、いずれも  $15\text{N}/\text{mm}^2$  以上である上記フッ素樹脂チューブ状物は、平面視のいずれの方向についても5%伸張時の引張応力が  $200\text{N}/\text{mm}^2$  以上となるフッ素樹脂薄膜を2回以上巻回積層して形成されるものである請求項1に記載のフッ素樹脂チューブ状物。

4. 上記チューブ状物は、表面粗さ(Ra)が  $0.5\ \mu\text{m}$  以下である請求項1に記載のフッ素樹脂チューブ状物。

5. 上記チューブ状物は、内面に接着性向上のための表面処理  
25 が施されているものである請求項1に記載のフッ素樹脂チューブ状物。

6. 請求項1に記載のフッ素樹脂チューブ状物を表層に有する



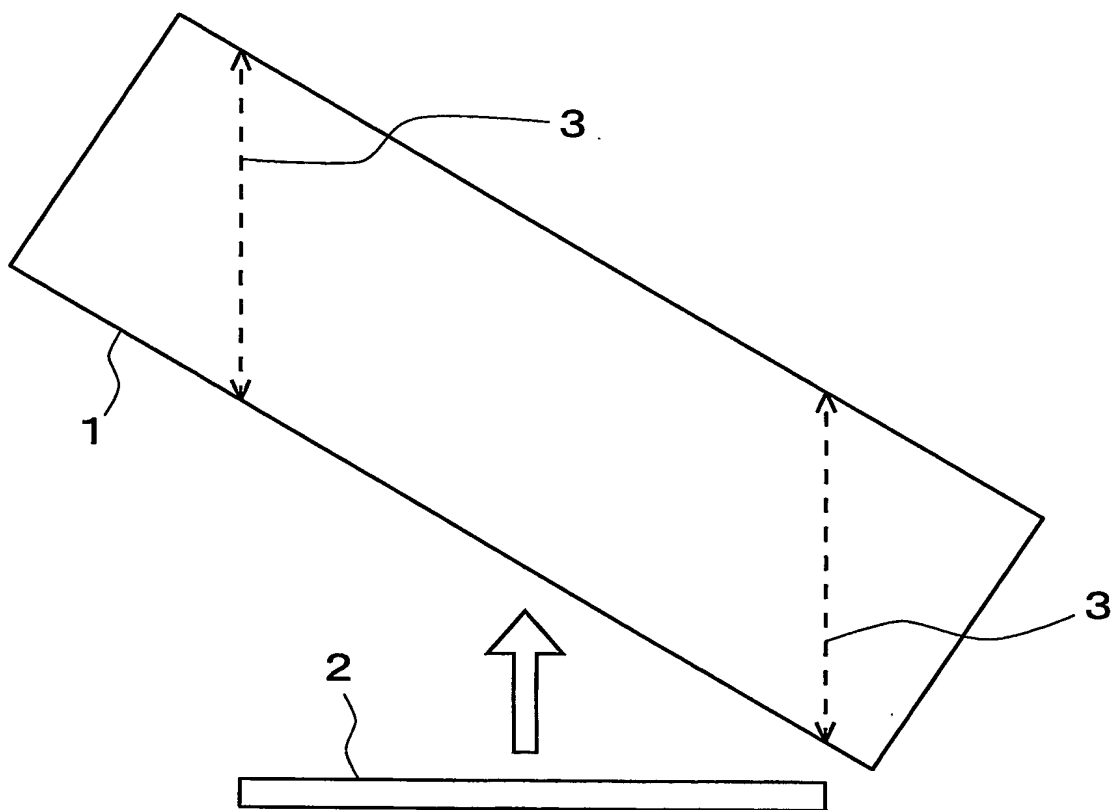
ものであることを特徴とする定着ロール。

7. 請求項1に記載のフッ素樹脂チューブ状物を表層に有するものであることを特徴とする定着ベルト。

8. 請求項6に記載の定着ロールを有するものであることを特徴とする画像定着装置。

9. 請求項7に記載の定着ベルトを有するものであることを特徴とする画像定着装置。

図 1



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/009783

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> G03G15/20, F16C13/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> G03G15/20, F16C13/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	US 2003/0113143 A1 (Tomohiro MAEDA et al.), 19 June, 2003 (19.06.03), Par. Nos. [0050], [0094]; Claims Par. Nos. [0050], [0094]; Claims & JP 2003-122152 A & CN 001410848 A	1, 4-9 2, 3
X Y	JP 2000-3100 A (Fuji Xerox Co., Ltd.), 07 January, 2000 (07.01.00), Claims; Par. No. [0053] Claims; Par. No. [0053] (Family: none)	1, 4, 5 2, 3
Y	JP 07-205274 A (Canon Inc.), 08 August, 1995 (08.08.95), Full text; drawings (Family: none)	2, 3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>		<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>
---	--	--

Date of the actual completion of the international search  
17 September, 2004 (17.09.04)

Date of mailing of the international search report  
12 October, 2004 (12.10.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/009783

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2000-98772 A (Fuji Xerox Co., Ltd.), 07 April, 2000 (07.04.00), Full text; drawings (Family: none)	2, 3
A	JP 58-35573 A (Canon Inc.), 02 March, 1983 (02.03.83), Claims (Family: none)	1, 4-9

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
Int. C17 G03G15/20, F16C13/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
Int. C17 G03G15/20, F16C13/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの  
 日本国実用新案公報 1922-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	US 2003/0113143 A1 (Tomohiro MA EDA et al.) 2003.06.19 第0050段落, 第0094段落, 特許請求の範囲 第0050段落, 第0094段落, 特許請求の範囲 & JP 2003-122152 A & CN 001410 848 A	1, 4-9 2, 3
X	JP 2000-3100 A (富士ゼロックス株式会社) 200 0.01.07, 特許請求の範囲, 第0053段落	1, 4, 5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献  
 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日  
17.09.2004

国際調査報告の発送日  
12.10.2004

国際調査機関の名称及びあて先  
 日本国特許庁 (ISA/JP)  
 郵便番号100-8915  
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)  
 菅藤 政明  
 2C 3203  
 電話番号 03-3581-1101 内線 3221

C (続き) . . . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	特許請求の範囲, 第0053段落 (ファミリーなし)	2, 3
Y	JP 07-205274 A (キャノン株式会社) 1995. 08. 08, 全文, 図, (ファミリーなし)	2, 3
Y	JP 2000-98772 A (富士ゼロックス株式会社) 20 00. 04. 07, 全文, 図, (ファミリーなし)	2, 3
A	JP 58-35573 A (キャノン株式会社) 1983. 0 3. 02, 特許請求の範囲, (ファミリーなし)	1, 4-9